

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

(19) SU (11) 1690654 A1  
(51) 5 A01N 25/08, 53/00

**SPECIFICATION  
TO INVENTOR'S CERTIFICATE**

---

The invention relates to chemical means for protecting plants, namely, to compositions for combating soil-inhabiting pests.

The object of the invention is to prolong the effect of the composition.

The invention is illustrated by the following Examples.

**E x a m p l e 1.** Hydrolytic lignin sifted through a 2 mm mesh sieve, having a definite humidity (100 g for dry matter) was mixed with 15.0 g of permethrin on a 50 rpm electric mixer. 8 g of calcium lignosulfonate were added to the resulting mixture, and the latter was mixed further on the mixture for 5 minutes. The mixture was granulated on an extruder with 2 mm apertures. The granules were dried at 150°C.

The formulation of the composition was as follows, in percent:

permethrin	15.0
hydrolytic lignin	77.0
lignosulfonate	8.0

The pesticide and lignosulfonate may be applied to a carrier in 2-4 alternating layers, e.g., 50% pesticide, 50%

lignosulfonate, 30% pesticide, 30% lignosulfonate, 20% pesticide, 20% lignosulfonate.

Exemplary embodiments are presented in Table 1.

#### CLAIMS

A pesticidal composition comprising a pesticide, a high-molecular polymer, and a carrier - hydrolytic lignin and/or agrimus, characterized in that for prolonging the effect of the composition it comprises derivatives of thiophosphoric acid or of pemethrinic acid as the pesticide and calcium lignosulfate, magnesium lignosulfate, ammonium lignosulfate or lignosulfonic acid as the high-molecular polymer, with the following proportion of the components, in weight percent:

Pesticide	0.05-30
High-molecular polymer	0.3-15
Carrier	the balance



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГКНТ СССР

(19) SU (11) 1690654 A1

(31) 5 A 01 N 25/08, 53/00

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4446840/15

(22) 27.06.88

(46) 15.11.91. Бюл. № 42

(71) Днепропетровский химико-технологический институт им. Ф.Э.Дзержинского  
(72) А.П.Кулик, В.А.Косенко, А.И.Науменко, В.И.Руденко, В.К.Промоненков, А.Н.Близнюк и Т.Г.Перлова  
(53) 632.951.2 (088.8)  
(56) ЕР № 0030133.

кл. А 01 Н 25/08, 1979.

Патент США № 4485103.

кл. А 01 Н 57/00, 1982.

(54) ПЕСТИЦИДНАЯ КОМПОЗИЦИЯ

(57) Изобретение относится к химическим средствам защиты растений, а именно к составам для борьбы с почвообитающими вредителями. Цель изобретения - увеличение длительности действия композиции. Пестицидная композиция, содержащая

2

пестицид, высокомолекулярный полимер и носитель - гидролизный лигнин и/или агри-мус в качестве пестицида, содержит производные тиофосфорной кислоты или перметриновой кислоты, а в качестве высокомолекулярного полимера - лигносульфонат кальция, магния, аммония или лигносульфоновую кислоту, присущее соотношении компонентов, мас.%: пестицид 0.05 - 30; высокомолекулярный полимер 0.3 - 15; носитель осталльное. Изучение динамики изменения остаточного содержания пестицида в препарате через 150 сут показало, что остаточное содержание пестицида (перметрин или базудин) составляет 23.5 - 32.7% от исходного, тогда как в известном составе, в котором в качестве высокомолекулярного полимера использовали полиакрилат или полиоксиэтиленгликоль, оно не превышает 4%. 4 табл.

Изобретение относится к химическим средствам защиты растений, а именно к составам для борьбы с почвообитающими вредителями.

Цель изобретения - увеличение длительности действия композиции.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

П р и м е р 1. Гидролизный лигнин, просеянный через сито с размером отверстий 2 мм, известной влажности (количество на сухую массу 100 г) смешивали с 15.0 г перметрина на электрической мешалке (с числом оборотов в 1 мин 500). К полученной

смеси добавили 8 г лигносульфоната кальция, и перемешивали на мешалке в течение 5 минут. Смесь гранулировали на экструдере в размером отверстий 2 мм. Температура сушки гранул 150°C.

Состав полученной композиции, %:  
перметрин 15.0.  
гидролизный лигнин 77.0.  
лигносульфонат 8.0.

Пестицид и лигносульфонат могут быть нанесены на носитель в 2 - 4 слоя поочередно, например, 50% пестицида, 50% лигносульфоната, 30% пестицида, 30%

SU (11) 1690654 A1

лигносульфоната, 20% пестицида, 20% лигносульфоната.

Отдельные примеры конкретного выполнения представлены в табл.1.

При м е р 2. Готовят навеску 30 г просеянного через сито 2 мм чернозема влажностью 50%, 15 г из этой навески помещают в стеклянный фильтр № 4. Затем туда же помещают между двух сшитых по периметру листов фильтровальной хлопчатобумажной ткани "Бельтинг" навеску 0,242 г (несколько гранул) композиции, содержащей 15% на органическую массу перметрин, 8% лигносульфоната кальция, остальное гидролизный лигнин, высущенной при 150°C (композиция 1). Затем в стеклянный фильтр № 4 высыпают остальную часть взятой навески грунта (15 г). Фильтр помещают в климатическую камеру таким образом, чтобы его отводной конец был погружен в стакан с водой ниже ее уровня. Температура в камере 17,6 °С. Каждые 7 дн грунт поливают 70 мл воды, из стакана соответственно 70 мл воды отбирают. Через 30 - 150 сут ткань с гранулами осторожно извлекают из грунта, гранулы подсушивают, измельчают и экстрагируют гексаном до получения бесцветного экстрагента. Все экстракты смешивают и определяют в них с помощью хроматографа "Цвет-101" содержание перметринина или базудина.

В табл.2 представлены результаты определения динамики изменения остаточного содержания пестицидов в предложенной композиции в сравнении с композицией, в которой в качестве высокомолекулярного полимера использовали поликарилат (ПА).

Результаты свидетельствуют о том, что остаточное содержание пестицида в предложенной композиции через 150 сут составляет 40

пестицида, тогда как в известном составе оно не превышает 4%.

В табл.3 представлены результаты определения остаточного содержания пестицидов в предложенной композиции и в композиции по примерам 33 - 38 через 60 сут.

Данные табл.3 также свидетельствуют о более медленном снижении концентрации пестицида в предложенном препарате за 60 сут.

Сравнительное испытание предложенного препарата и пестицида, нанесенного на носитель, проводили на посевах кукурузы. Определяли количество вредителей проволочников и ложнопроволочников через 30 сут после начала вегетации (табл.4).

Результаты табл.4 свидетельствуют о том, что количество вредителей на 1 м<sup>2</sup> при использовании предложенного состава на 30 - 70% ниже, чем при использовании известного состава, остаточное содержание которого через 30 сут составляет не более 5%, а через 60 сут - не более 1%.

#### Ф о� м у л а и з об р е т е н и я

Пестицидная композиция, содержащая пестицид, высокомолекулярный полимер и носитель - гидролизный лигнин и/или агритмус, отличающаяся тем, что, с целью увеличения длительности действия, она в качестве пестицида содержит производные тиофосфорной кислоты или перметриновой кислоты, а в качестве высокомолекулярного полимера - лигносульфонат кальция, магния, аммония или лигносульфоновую кислоту при следующем соотношении компонентов, мас.%:

Пестицид	0.05 - 30
Высокомолекулярный полимер	0.3 - 15
Носитель	Остальное

небольших масштабах. Исключение представляют лишь отравленные приманки, которые являются основной формой препарата для борьбы с грызунами.

#### ПОРОШКИ (ДУСТЫ)

Инсектицидные, фуниципные, гербицидные дусты и комбинированные порошки представляют собой механическую смесь пестицида с инертным наполнителем, размолотую до частиц диаметром 3—30 мк. В процессе размоля происходит распределение частиц пестицида между частичками наполнителя и обволакивание им частиц наполнителя. В связи с этим совместный размол пестицида с наполнителем дает более эффективный препарат. Чем разделен наилучший наполнитель с пестицидом степенью. Чем тоньше помол действующего начала в порошкообразном препарате для опрыскивания, тем более эффективен препарат. Это объясняется для лучшей удерживаемостью препарата более тонкого помола на растворимого распределения препарата по этой площасти требуется достаточно тонкий помол.)

Пестициды в зависимости от свойств могут быть переведены в порошкообразное состояние с большей или меньшей легкостью. Наиболее легко размалываются вещества с хорошо оформленной кристаллической структурой, имеющие достаточно высокую хрупкость и малую пластичность. Например, легко размалывается чистый ДЛГ-С-Г, пл. не выше 106°C. Технический же продукт, содержащий массовую примесь, размалывается труднее; он комкуется при размоле, образуя крупные агрегаты, налипающие на стеки мельницы. Примечание: гидролиз органических пестицидов обычно несет в присутствии инертного наполнителя. Наполнитель препарата комкованию препарата как в процессе размоля, так и при хранении. Количество добавляемого наполнителя зависит от его сорбционной емкости. Так, например, при размоле технического ДЛГ с содержанием (на сашиной плотностью 0,14 г/см<sup>3</sup>) достаточно добавлять 5—10% наполнителя, тогда как обычного клофина требуется не менее 25%. Часте всего комкование препарата происходит при размоле в шаровой мельнице. По-видимому, это связано с повышением температуры в мельнице в результате ударов шаров, что приводит к частичному плавлению размалываемого вещества. В связи с этим при размоле никопальских пестицидов желательно видеть большее количество наполнителя и вести процесс при возможно более низкой температуре.

Для изготовления дустов размол большинства органических препаратов производится чаще всего в шаровых мельницах с воздушной сепарацией. Иногда размол проводят в две стадии: предварительно готовят концентрированный порошок (на бегунах, в шаровой мельнице или агрегате другого типа), который затем разбавляют необходимым количеством наполнителя и дополнительного перемалывают на шаровой мельнице. Лучшие результаты при при-

готовлении дустов получаются при использовании воздушных мельниц, но стоимость продукта при этом значительно превышает стоимость большого расхода эпоксид树脂.

В настоящее время показано, что при разделке никакой органического пестицида с минеральным наполнителем в виде мельницы получается дуст, мало отличающийся от полученного пропиткой наполнителя раствором пестицида! Для этого, как как в процессе размоля происходит обволакивание пестицида тонким слоем пестицида

планировочного пестицида с размоловым наполнителем. Известно сколько модификаций этого способа получения дустов "никс" ких пестицидов, имеющих высокую пластичность. Например, легко получается дуст из распыленной смеси ДЛГ и технического Угексакториумилексана, а также из раствора ДЛГ в растительном масле и др. В некоторых случаях для задержки кристаллизации пестицида рекомендуют прибавлять распыленный парат к нагретому до 30—40°C наполнителю [3—7]. Имеются другие способы изготовления дустов из распыленных пестицидов. Например, распыленный пестицид распыляют в камере, установленной по типу аппарата для распыльной сушки, куда во время состояния вводится наполнитель. Капли пестицида попадают на частицы наполнителя и оседают на дно камеры. При этом можно отрегулировать так, чтобы получалась совершенно однородный дуст. Возможна получение дустов путем сажания пара струйка на наполнитель, однако этот способ пригоден можно только экономически выгодным.

При изготовлении дустов из яблока органических веществ получается смесь пестицидов. При этом, мало содержание пестицида в дусте снижает производительность на несколько ступеней (всего в две ступени).

Общая технологическая сущность при изготовлении дустов представлена на рис. 1.

Если пестицид представляет собой жидкость, его впрыскивают в смеситель с помощью специальных форсунок. В этом случае лучше использовать измененный наполнитель, что дает возможность исключить стадию помола и ограничиться только двухстадийным смешением.

Содержание действующего начала в дусте зависит от эффективности препарата, гидрофоба — 1%, а регулятором роста 0,05—0,1%. Качество наполнителей для приготовления дустов пестицидов обычно используют гидрофобные минералы типа талька и пирофиллита, реже применяют мел, гипс, каолин, кипур, трепел и т. п.

Выявление не только их физические, но и химические свойства, как некоторые наполнители могут

пестицидов или питья на их фотолизическую стабильность. Так, например, источники наполнителей рекомендуется использовать для производства листов из сложных эфиров, галогенированных углеводородов и т. п. Сложные эфиры могут гидролизоваться также и под влиянием испарения кислотного характера. При использовании таких наполнителей рекомендуется вводить специальные добавки, устраивающие предное влияние наполнителя. В некоторых

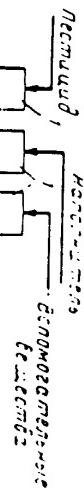


Рис. 1. Принципиальная технологическая схема производства листов

1 — бункер для хранения исходного материала; 2 — смеситель; 3 — разделитель; 4 — гранулятор; 5 — сушилка; 6 — барабан; 7 — сортировка; 8 — дозатор; 9 — листок; 10 — контейнер для хранения листков

случаях целесообразно использование смесей нескольких наполнителей. Применение в качестве наполнителей гидрофильных минералов типа каолина, глины и белита при повышенной влажности не рекомендуется, так как листы с этими наполнителями легко склоняются даже после небольшого увлажнения.

Для повышения удерживаемости листов на растениях к ним можно добавлять гидрофобные вещества типа стеарата кальция, минеральные масла и т. п. Продолжительность порошкообразных препаратов и удерживающее их на растениях во многих случаях определяют продолжительность действия препарата. Эти характеристики зависят не только от формы частиц листа (то, конечно, имеет большое значение), но и от химического состава действующего начала и специальных добавок к листам. При выборе рецептуры того или иного препарата необходимо принимать во внимание не только способ его применения, но и культуру, для которых он предназначен.

**ГРАНУЛИРОВАННЫЕ ПРЕПАРАТЫ**

В качестве заменителей пылевидных препаратов для вредителей и болезней растений и сорняков все чаще применяется гранулирование препаратов, которые в ряде более удобны и оставляют меньшие количества нежелающих примесей на растениях. В этой форме гербицидные способы также несколько изменят ареал действия.

Гранулированные препараты широко используются и для с обитающими в почве вредителями, а также для инсектицидов от повреждений сосудистыми вредителями.

Важнейшим методом получения гранулированных препаратов являются пропитка жилками пестицидами или их растворами, грануляция или инвертацией и пермикюляция наполнителем с последующим рассеянием. В качестве наполнителя чаще всего применяют каолин, белитит или подобные им руды. При гранулировании кроме наполнителя и пестицида состав препарата вводят различные связывающие вещества (важину гранул может быть различной в зависимости от применения инвертации препарата). Наполеон рас пространяется применение препаратов с размером гранул от 0,2 до 1 мм. В последних (микрогранулированные препараты). Такие препараты оссшироко используют для борьбы с сорняками растениями, пестицидами и другими вредными организмами путем внесения в почву.

Гранулы не пылят и легко удаляются с поверхности в почве и с объекта, поэтому в гранулированном виде очень удобны для токсичных препаратов. В препаратах для обработки растений применяют гранулы непосредственно малой прочности, такие как для борьбы с сорняками и подсевах — гранулы с большой прочностью. В ограниченном масштабе употребляются гранулированные препараты, наполнителем в которых является удобрение, и магнезиальный фосфат. Таким способом можно использовать смесь небольшого числа веществ, так как многие пестициды с удобрениями быстро разрушаются.

В состав гранулированных препаратов обычно входит 20% пестицида, 1—10% вспомогательного вещества и носы (до 100%) [8].

#### МИКРОКАПСУЛИРОВАННЫЕ ПРЕПАРАТЫ

Микрокапсулированными препаратами называются препараты, состоящие из капсул размером 5—100 мк, в которых действующее вещество заключено в оболочку, легко разрываемую под влиянием тех или иных веществ, солнечного света, механического

**Микрокапсулированные препараты применяются в тех случаях, когда необходимо исключить прямой контакт человека, животных или растений с действующим веществом на тот или иной период времени или замедлить его действие [9].**

В качестве материала для оболочки можно использовать растворимые в воде природные или синтетические полимеры [10-23]. В том числе полиамиды [10], желатин и яичный [13-15] и др. Однако из неприменимых критерий пригодности материала для оболочки является отсутствие растворимости в нем пестицида.

Описано много способов получения микрокапсулированных препаратов [16-23]. Обычно сперва готовят эмульсию или суспензию пестицида в водном растворе материала для оболочки, затем отделяют эмульсию от избытка раствора и прополят поверхность обсаживания. При этом, как правило, получается не моно-

а полилистперсная система. Использование микрокапсулированных препаратов в сельском хозяйстве пока находится в самой начальной стадии, но, несомненно, этой форме применения пестицидов принадлежит будущее.

## РАСТВОРЫ ПЕСТИЦИДОВ В ВОДЕ И ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ

В виде водных растворов могут применяться только такие соединения, растворимость которых в воде достаточна пестицида. В водных растворах используются главным образом гербициды, представляющие собой органические кислоты с различными основаниями, некоторые фосфорорганические инсектициды и фунгициды.

Для прогревивания семян широко применяются водные растворы фторуреана и органических соединений ртути, а также некоторых других фунгицидов и бактерицидов. Такое прогревание по многим случаям экономичнее, чем сухое прогревивание. расход прогревания при этом значительно меньше. Особенно целесообразно прогревивание водными растворами для пшеницы культуры, таких, как овес. Об эффективности прогревивания семян водными растворами органических соединений ртути можно судить хотя бы по следующим данным: при использовании препарата гранозан на 1 т семян пшеницы расходуется около 15 г ртути, при прогревании водным раствором этилмеркурофосфата такой же результат получается при расходе ртути около 3 г. Однако мокрое прогревивание семян употребляется относительно редко, чаще применяется полусухое прогревивание, при котором обработку семян ведут ограничением количеством концентрированного водного или масляного раствора прогревителя. В ряде случаев используют и суспензии препаратов.

Водные растворы препаратов применяются также для борьбы с некоторыми болезнями и вредителями всевирующих растений (например, бурая пятнистость, помидоры, паслены). В виде полу-

**стенные инсектициды:** в такой форме они быстро проникают в всплескение этого не смыкаются приложас.

Широкое распространение получили растворы пестицидических растворителей для называемого мало-органических растворителей применяем для борьбы с разными насекомыми — паразитами человека и животных для предохранения пестицидических материалов от испарения. В виде растворов и фторуглеродных газов дезинфицируются препараты для отпугивания кровососущих насекомых.

При выборе растворителей для тех или иных пестицидов необходимо учитывать не только растворимость их свойства растворителей и получаемых растворов, если растворы предполагаются для опрыскивания. растворений, необходимо принимать во внимание возможную опасность растворителя и растворя, желательно пользоваться изогнутыми, не вызывающими ожогов растворами. Если растворяются для применения в закрытых помещениях, то их животных, а также возможность химического взаимодействия растворенных веществ с растворителем. При использовании растворителей непрелевых соединений возможно и уменьшает продолжительность действия препараторов, особенно свету и при повышенной температуре.

Так, для повышения растворимости какого-либо пестицида швом растворителя к нему добавляют несколько растворимости дорогостоящего растворителя, растворимости пестицида и значительно выше (такие растворители называются промежуточными). Этим приемом очень часто пользуются для повышения растворимости ДДТ и других хлоруглеродолов в минеральных маслах. Однако в смеси двух или нескольких растворителей всегда наблюдается повышение растворимости пестицида. Промежуточными растворителями для получения концентрированных растворов пестицидов в минеральных маслах являются, Метилкапролактон, окись этилена, гексаэтилкарбонат, алкилалеаты, ксилолы, метил- и полиметил циклогексаноны, Метилкапролактон, окись этилена, гексаэтилкарбонат, алкилалеаты, ксилолы, метил- и полиметил толей имеют низкую температуру плавления, что необходимо учитывать при использовании их в закрытых помещениях или с помощью аниацин. Так, например, циклогексанон и изофторон изменяется около 37,8 °C. Промежуточными растворителями восстанавливающими фосфорорганических инсектицидов являются эпоксидированный липофторон, липофторон метилен, диоксиген.